



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIEE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCT)

| | | | |
|--|--|--|---|
| (51) Classification internationale des brevets ⁶ : C09K 7/00, 7/02, C10M 173/02 | | A1 | (11) Numéro de publication internationale: WO 99/66006 (43) Date de publication internationale: 23 décembre 1999 (23.12.99) |
| <p>(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR99/01367</p> <p>(22) Date de dépôt international: 9 juin 1999 (09.06.99)</p> <p>(30) Données relatives à la priorité: 98/07969 12 juin 1998 (12.06.98) FR </p> <p>(71) Déposants (<i>pour tous les Etats désignés sauf US</i>): INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE [FR/FR]; 1 & 4, avenue de Bois Préau, F-92852 Rueil-Malmaison Cedex (FR). FINA RESEARCH [BE/BE]; Zone Industrielle C, B-7181 Seneffe (Féhuy) (BE).</p> <p>(72) Inventeurs; et</p> <p>(75) Inventeurs/Déposants (<i>US seulement</i>): ARGILLIER, Jean-François [FR/FR]; 4, square de l'Hippodrome, F-92210 Saint-Cloud (FR). DEMOULIN, André [BE/BE]; 1, rue de Pymont, B-5998 Beauvechain (BE). AUDIBERT-HAYET, Annie [FR/FR]; 10, place Blanche de Castille, F-78290 Croissy sur Seine (FR). JANSSEN, Michel [BE/BE]; 59, avenue de la Forêt, B-1970 Wezembeek-Oppem (BE).</p> <p>(74) Représentant commun: INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE; 1 & 4, avenue de Bois Préau, F-92852 Rueil Malmaison Cedex (FR).</p> | | <p>(81) Etats désignés: AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZW, brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, UG, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).</p> <p>Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale.</i></p> | |
| <p>(54) Title: BOREHOLE FLUID CONTAINING A LUBRICATING COMPOSITION – METHOD FOR VERIFYING THE LUBRIFICATION OF A BOREHOLE FLUID – APPLICATION WITH RESPECT TO FLUIDS WITH A HIGH PH</p> <p>(54) Titre: FLUIDE DE PUITS COMPORTANT UNE COMPOSITION LUBRIFIANTE – PROCEDE POUR CONTROLER LA LUBRIFICATION D'UN FLUIDE DE PUITS – APPLICATION AUX FLUIDES A HAUT PH</p> <p>(57) Abstract</p> <p>The present invention relates to a borehole fluid comprising a lubricating compound containing at least one amphiphilic non-ionic compound obtained by reacting at least one vegetable oil or fatty acid as such or in a polymerised state on at least one amino alcohol. In one variant, the compound can be mixed with a solvent. The invention also relates to a method for verifying the lubrication power of a water-based fluid. The invention further relates to the application of said method to borehole fluids with a high pH.</p> <p>(57) Abrégé</p> <p>La présente invention concerne un fluide de puits qui comporte un composé lubrifiant comprenant au moins un composé amphiphile non-ionique obtenu par réaction d'au moins une huile végétale, ou un acide gras tel quel ou polymérisé, sur au moins un aminoalcool. Dans une variante, le composé peut être mélangé à un solvant. L'invention concerne également un procédé de contrôle du pouvoir lubrifiant d'un fluide à base d'eau. Application du procédé à un fluide de puits ayant un haut pH.</p> | | | |

UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publient des demandes internationales en vertu du PCT.

| | | | | | | | |
|----|---------------------------|----|---|----|--|----|-----------------------|
| AL | Albanie | ES | Espagne | LS | Lesotho | SI | Slovénie |
| AM | Arménie | FI | Finlande | LT | Lithuanie | SK | Slovaquie |
| AT | Autriche | FR | France | LU | Luxembourg | SN | Sénégal |
| AU | Australie | GA | Gabon | LV | Lettonie | SZ | Swaziland |
| AZ | Azerbaïdjan | GB | Royaume-Uni | MC | Monaco | TD | Tchad |
| BA | Bosnie-Herzégovine | GE | Géorgie | MD | République de Moldova | TG | Togo |
| BB | Barbade | GH | Ghana | MG | Madagascar | TJ | Tadjikistan |
| BE | Belgique | GN | Guinée | MK | Ex-République yougoslave de Macédoine | TM | Turkménistan |
| BF | Burkina Faso | GR | Grèce | ML | Mali | TR | Turquie |
| BG | Bulgarie | HU | Hongrie | MN | Mongolie | TT | Trinité-et-Tobago |
| BJ | Bénin | IE | Irlande | MR | Mauritanie | UA | Ukraine |
| BR | Brésil | IL | Israël | MW | Malawi | UG | Ouganda |
| BY | Bélarus | IS | Islande | MX | Mexique | US | Etats-Unis d'Amérique |
| CA | Canada | IT | Italie | NE | Niger | UZ | Ouzbékistan |
| CF | République centrafricaine | JP | Japon | NL | Pays-Bas | VN | Viet Nam |
| CG | Congo | KE | Kenya | NO | Norvège | YU | Yougoslavie |
| CH | Suisse | KG | Kirghizistan | NZ | Nouvelle-Zélande | ZW | Zimbabwe |
| CI | Côte d'Ivoire | KP | République populaire démocratique de Corée | PL | Pologne | | |
| CM | Cameroun | KR | République de Corée | PT | Portugal | | |
| CN | Chine | KZ | Kazakhstan | RO | Roumanie | | |
| CU | Cuba | LC | Sainte-Lucie | RU | Fédération de Russie | | |
| CZ | République tchèque | LI | Liechtenstein | SD | Soudan | | |
| DE | Allemagne | LK | Sri Lanka | SE | Suède | | |
| DK | Danemark | LR | Libéria | SG | Singapour | | |
| EE | Estonie | | | | | | |

**FLUIDE DE PUITS COMPORTANT UNE COMPOSITION LUBRIFIANTE -
PROCEDE POUR CONTROLER LA LUBRIFICATION D'UN FLUIDE DE
5 PUITS - APPLICATION AUX FLUIDES A HAUT PH**

La présente invention concerne les fluides utilisés pour le forage, le conditionnement de puits ou les interventions dans des puits. Plus particulièrement, l'invention décrit un fluide à base d'eau comportant un composé lubrifiant et un procédé pour contrôler le pouvoir lubrifiant de fluides à base d'eau placés dans des puits forés. Dans une application, les fluides de puits à base d'eau ont un pH supérieur à 9.

La méthode conventionnelle de forage de puits, pétroliers ou non, 15 consiste à entraîner en rotation un outil à dents fixé à l'extrémité d'une colonne de tiges de forage, la colonne étant généralement entraînée en rotation par une installation de surface. Un fluide, appelé fluide ou boue de forage, est injecté au niveau de l'outil par l'espace intérieur des tiges. Les fonctions principales de ce fluide sont : de nettoyer l'outil et le puits 20 en remontant les débris vers la surface, de stabiliser les parois du puits, d'inhiber les réactions des formations géologiques en contact avec le fluide, etc...

La présente invention ne concerne pas uniquement les fluides dits 25 de forage, mais également les fluides dits de "complétion", ainsi que les fluides dits d'intervention ("workover"). La complétion est une opération qui poursuit l'opération de forage lorsque le puits atteint la formation productrice. La complétion consiste notamment à forer dans la roche réservoir, tester la formation, équiper le puits pour la production, mettre 30 en production. Pour ces opérations, le fluide de complétion peut être spécifique notamment à la roche réservoir et aux effluents produits. Les

opérations de "workover" ou d'intervention consistent à travailler dans un puits producteur pour forer, reforer, nettoyer le puits, ou changer des équipements de puits.

Les fluides de puits doivent pouvoir avoir des caractéristiques 5 ajustées en fonction des utilisations très variées, notamment leur viscosité, leur masse volumique ou leur capacité de contrôle du filtrat. Dans certains cas de puits très fortement déviés, par exemple des forages horizontaux, ou plus généralement des puits qui procurent des frottements importants sur les tubulaires descendus dans le puits, la 10 capacité lubrifiante du fluide devient une caractéristique importante.

On utilise parfois des fluides à haut pH, c'est à dire supérieur à 9 et généralement supérieur à environ 10, par exemple les boues de forage à base de silicate telles celles décrites dans la publication SPE 37266 présentée à l'« International Symposium on Oilfield Chemistry, 18-21 15 February 1997, Houston TX ». Ces boues sont récemment utilisées notamment pour leur qualité d'inhibition du gonflement des argiles forées.

Ainsi, la présente invention concerne un fluide de puits à base 20 d'eau qui comporte un composé lubrifiant comprenant au moins un composé amphiphile non-ionique obtenu par réaction d'au moins une huile végétale ou un acide gras sur au moins un aminoalcool.

Toutes les huiles végétales ou acides gras végétaux peuvent convenir. L'huile végétale ou acide gras peut être choisi dans le groupe 25 formé par l'huile de lin, de carthame, de pépins de raisins, de bois de chine, de tournesol, de colza ou leur mélange, ou d'un acide gras dérivé de ces huiles végétales.

Dans une variante, l'huile végétale ou acide gras peut être polymérisé et avoir après polymérisation une viscosité à 20°C comprise 30 entre 5 et 60 Pa.s.

L'aminoalcool utilisé peut être la diéthanolamine.

Le composé lubrifiant peut être conditionné sous la forme d'un mélange comprenant un ou plusieurs solvants et éventuellement d'autres composés.

Le solvant du mélange peut être un dérivé d'une huile végétale.

5 Le mélange (composé lubrifiant et solvants) peut contenir entre 0 et 80% en masse de solvant et de préférence entre 20 et 40%.

Le fluide de puits peut comporter une concentration de 0,1 à 5% en poids du composé lubrifiant et de préférence comprise entre 0,5 à 2% en poids.

10 Le fluide selon l'invention peut avoir un pH supérieur à 9, et de préférence supérieur à 10.

L'invention concerne également un procédé pour contrôler le pouvoir lubrifiant d'un fluide de puits à base d'eau qui consiste à incorporer dans le fluide un composé lubrifiant selon la définition ci-dessus.

15 L'invention comprend une application du procédé ci-dessus à des fluides de puits à pH supérieur à 9 et de préférence supérieur à 10.

Bien que toutes les huiles végétales ou acides gras végétaux 20 peuvent convenir, on utilisera de préférence des huiles fortement insaturées telles que l'huile de lin ou encore de carthame, de pépins de raisins, de bois de chine, de tournesol, ou leur mélange. Ces huiles végétales ou acides gras sont utilisés tels quels ou polymérisés. Les huiles végétales polymérisées ("stand oils") sont obtenues par traitement 25 thermique des huiles végétales fortement insaturées citées plus haut, dans des conditions telles qu'il n'y a pas d'oxydation. L'huile ou acide gras de lin (de préférence raffiné) est généralement utilisé, mais il est possible d'employer de l'huile ou acide gras de carthame, de pépins de raisins, de bois de chine, de tournesol, ou leur mélange. Pour préparer le composé 30 lubrifiant selon une variante de l'invention, on pourra utiliser une huile végétale ou un acide gras polymérisé ayant une viscosité comprise entre 5

et 60 Pa.s à 20°C. A titre d'exemple, le traitement thermique d'une huile de lin raffinée à une température de 290-300°C donne en 6 à 12 heures un produit d'une viscosité de 10 Pa.s à 25°C.

5 Les aminoalcools utilisés pour préparer les composés de l'invention sont des amines ou polyamines comportant une ou plusieurs fonctions alcool et éventuellement une ou plusieurs fonctions éthers.

Par exemple, les aminoalcools peuvent correspondre aux formules suivantes :

10 HO-CmH_{2m}-NH₂

HO-CmH_{2m}-NH-CkH(2k+1)

(HO-CmH_{2m})₂-NH

(HO-CmH_{2m})₃-N

(HO-CmH_{2m})p-CH(3-p)-NH₂

15 HO-(CmH_{2m}-O)_n-NH-CkH(2k+1)

HO-(CmH_{2m}-O)_n-CkH_{2k}-NH₂

HO-(CmH_{2m}-O)_n-NH-CkH_{2k}-(O-CmH_{2m})_n-OH ramifiés ou non

avec m=2 à 6; k=1 à 6; p=2 ou 3; n=2 à 20

En particulier, on peut citer:

20 la monoéthanolamine : OH - (CH₂)₂ - NH₂,

la monopropanolamine : OH - (CH₂)₃ - NH₂,

la monoisopropanolamine : CH₃ - CH(OH) - CH₂ - NH₂,

le 2-amino-1-butanol : CH₃ - CH₂ - CH(NH₂) - CH₂ - OH,

le 1-amino-2-butanol : CH₃ - CH₂ - CH(OH) - CH₂ - NH₂,

25 la N-méthyl-éthanolamine : CH₃ - NH - (CH₂)₂ - OH,

la N-butyl-éthanolamine : CH₃ - (CH₂)₃ - NH - (CH₂)₂ - OH,

la pentanolamine, l'hexanolamine, la cyclohexanolamine, les polyalcanolamines ou encore les polyalcoxyglycolamines, de formule :

OH - (CH₂ - CH₂ - O)_n - CH₂ - CH₂ - NH₂ (n entre 1 et 30)

et les polyols aminés tels que :

la diéthanolamine : (OH - CH₂ - CH₂)₂ - NH,

la diisopropanolamine : (CH₃ - CH (OH) - CH₂)₂ - NH, ou

le trihydroxyméthylaminométhane : ((HO)H₂C -)C₃ - NH₂.

5

La synthèse des composés de l'invention peut être obtenue en faisant réagir un excès d'aminoalcool, de préférence la diéthanolamine sur une huile végétale ou un acide gras végétal tel quel, ou polymérisé de préférence obtenu à partir d'huile de lin.

10

De préférence, la réaction est conduite en l'absence de solvant, et généralement à une température supérieure à environ 100°C, et de préférence comprise entre 100 et 200°C.

15 Cependant, si la viscosité du milieu réactionnel est trop élevée, la réaction pourra se faire en présence d'un solvant.

On obtient en fin de réaction le composé lubrifiant inclus dans le fluide selon l'invention.

20 Ce composé peut être incorporé tel quel dans le fluide de puits aqueux à haut pH ou non, ou sous la forme d'un mélange comprenant un solvant ou plusieurs solvants et éventuellement d'autres composés.

Pour obtenir un mélange de viscosité acceptable compte tenu des applications envisagées, un solvant peut être additionné. Un certain nombre de solvants sont susceptibles d'être utilisés, en particulier des 25 coupes aromatiques; toutefois on donnera la préférence à tous les solvants dérivés d'huiles naturelles, tels que des esters d'acides gras en C₆ à C₁₈ et d'alcools linéaires ou branchés en C₂ à C₁₈, afin d'obtenir une solution d'additifs biodégradable et non polluante pour l'environnement.

Dans leur utilisation comme additif lubrifiant à un fluide de puits ces composés sont ajoutés dans le fluide de puits à des concentrations allant en général de 0,1 à 5% en masse, de préférence de 0,5 à 2% en masse.

5 Il faut noter que les réglementations relatives à la protection de l'environnement imposent de plus en plus que les différents additifs utilisés dans la formulation des fluides de puits soient non toxiques et non polluants vis-à-vis de l'environnement.

10 Le fluide de puits de la présente invention qui comporte la composition lubrifiante a notamment l'avantage de répondre aux critères actuels relatifs à la protection de l'environnement.

15 De plus, la présente composition peut être utilisée avec tous les fluides de puits à base d'eau à haut pH, par exemple, les fluides à base de silicate alourdis ou non, certains fluides hautes pressions/hautes températures (HP/HT), etc...

Les pH élevés sont des conditions difficiles pour la stabilité des produits lubrifiants, en particulier ceux à base d'esters classiques qui s'hydrolysent à pH élevé et sous l'effet de la température.

20 L'invention sera mieux comprise et ses avantages apparaîtront plus nettement à lecture des exemples suivants, nullement limitatifs.

Le pouvoir lubrifiant d'une composition lubrifiante ajoutée à un fluide de puits selon l'invention est testé à l'aide d'un "Lubricity tester-Model 212" fabriqué par la société NL Baroid Petroleum Services 25 (Instruction Manual Part No.211210001EA). Les tests ("Lubricity-surface to surface) sont effectués selon les procédures recommandées par la norme RP 13B de l'American Petroleum Institute (API), (100 psi (689 kPa) à 60 tours/minute). Pour comparer les capacités lubrifiantes des différentes compositions, on a relevé les lectures des graduations 30 obtenues avec l'appareil de test ci-dessus décrit. Ces lectures correspondent à des valeurs relatives du couple de frottement. Plus ces

valeurs lues sont faibles. meilleur est le pouvoir lubrifiant de la composition testée.

Le principe des exemples ci-après est de mélanger, à un fluide de base, une certaine quantité d'une composition lubrifiante déterminée, le mélange étant ensuite testé dans l'appareillage. Les essais, sauf avis contraire, ont été réalisés à température ambiante (environ 25°C).

Une première composition lubrifiante, donnée en exemple, et ajoutée au fluide de puits de base a été dénommée ici NTL.

Le NTL est le résultat de la réaction de 52 kg d'huile de lin polymérisée d'une viscosité de 10 Pa.s et 28 kg de diéthanolamine, dans un réacteur de 100 litres et chauffé pendant une heure à 160°C. Sa viscosité est de l'ordre de 2700 mPa.s à 40°C.

Une seconde composition lubrifiante, dénommée XTL est le produit de la réaction de 52 kg d'huile de lin et de 28 kg de diéthanolamine dans le même réacteur que précédemment et sous les mêmes conditions.

Exemple 1 : Boue silicate avant vieillissement

Composition du fluide de base:

| | | |
|----|--|----------|
| 20 | ■ eau douce, | |
| | ■ viscosifiant (xanthane) | 5,2 g/l, |
| | ■ réducteur de filtrat (Aquapac-Regular) | 0,14 g/l |
| | ■ réducteur de filtrat (Aquapac-LV) | 2,51 g/l |
| | ■ argile de charge | 20 g/l |
| 25 | ■ silicate de sodium | 84,7 g/l |
| | ■ chlorure de sodium | 50 g/l |
| | ■ baryte | 93 g/l |
| | ■ NaOH pour obtenir : | pH=11 |

Le xanthane utilisé pour tous les tests est de l'IDVIS commercialisé par la société Dowell Drilling Fluids. Les produits du type CMC AQUAPAC Regular et LV sont commercialisés par la société Aqualon.

Cet essai démontre le pouvoir de lubrification du lubrifiant NTL ajouté à un fluide de base à haut pH, en fonction de la concentration en poids.

| Lubrifiant NTL (%) | Lecture du couple (lbs.in) | N.m |
|-------------------------------------|---|------------|
| 0 | 42 | 4,75 |
| 0,5 | 25 | 2,8 |
| 1 | 23 | 2,6 |
| 1,5 | 21 | 2,4 |
| 2 | 17 | 1,9 |
| 3 | 17 | 1,9 |
| 4 | 17 | 1,9 |
| 5 | 17 | 1,9 |

On observe une diminution de la valeur du couple avec l'augmentation de 5 la concentration en lubrifiant. Les résultats montrent les bonnes performances du système NTL sur cette formulation à pH élevé. Une concentration en additif lubrifiant de l'ordre de 2% est ici optimale.

Exemple 2: Boue silicate après vieillissement

10 On utilise la formulation du fluide de base précédent, additionnée de 2% de NTL à laquelle on fait subir un vieillissement dans une cellule de test dite « Hot Rolling » à 80°C pendant 16 heures, puis retour à la température ambiante. Les résultats suivants montrent que le vieillissement en température ne dégrade pas les propriétés de 15 lubrification de l'additif NTL dans une boue à haut pH.

| | Lecture du couple | |
|----------------------|--------------------------|--------------|
| | (lbs.in) | (N.m) |
| Avant vieillissement | 17 | 1,9 |
| Après vieillissement | 18 | 2,03 |

Exemple 3: Influence du lubrifiant sur les propriétés rhéologiques et de filtration de la boue

5 Dans ce qui suit, sont indiquées les propriétés rhéologiques de la boue (exprimées en VA viscosité apparente en centipoise (cP), VP viscosité plastique en centipoise (cP), YV est la valeur seuil de cisaillement (Yield Value) en lb/100ft² et gel 0 et gel 10 (ces mesures sont conformes au standard API RP 13B1 qui donne les correspondances des unités SI dans
10 l'Appendice I), avec et sans NTL, avant (AV) et après vieillissement (AP) de 16h à 80°C, ainsi que les propriétés de filtration exprimées par la quantité de filtrat (en cm³) corrigé obtenu après 30 minutes de filtration.

La formulation du fluide de base est la même que celle de la boue silicate
15 de l'exemple 1.

| | sans NTL (AV) | avec 2% NTL (AV) | sans NTL (AP) | avec 2% NTL (AP) |
|--------------|------------------|---------------------|------------------|---------------------|
| VA | 34 | 41 | 32 | 43 |
| VP | 11 | 20 | 17 | 22 |
| YV | 46 | 42 | 30 | 42 |
| Gel 0/Gel 10 | 11/15 | 5/8 | 8/10 | 8/15 |
| Filtrat (ml) | 2,6 | 2,0 | 4,6 | 3,9 |

Ces résultats mettent en évidence que l'addition du pourcentage optimisé de NTL ne modifie pas significativement les propriétés rhéologiques et de filtration de la boue, que ce soit avant ou après vieillissement.

Exemple 4: Dilution de NTL par un solvant

Différents composés lubrifiants ont été testés (L1, L2, L3, L4, L5, L6), tous représentatifs de la présente invention. Les pourcentages sont exprimés en poids. Les viscosités mesurées à 40°C sont indiquées dans le tableau 5 ci-dessous.

| Mélanges | Viscosité (mPa.s) |
|---|----------------------|
| L1: NTL-100% | 2670 |
| L2: NTL-80% + Oléate de méthyle-20% | 790 |
| L3: NTL-70% + Oléate de méthyle-30% | 410 |
| L4: NTL-80% + 2-butyle C12-C14-20% | 710 |
| L5: NTL-70% + 2-butyle C12-C14-30% | 385 |
| L6: NTL-70% + 2-butyle C12-C14-30% + 2-octanol (5% par rapport au 2-butyle C12-C14) | 350 |

Les performances de lubrification et les caractéristiques des différents mélanges sont indiquées ci-dessous. Les mélanges ont été ajoutés à 1 ou 2% en poids dans la formulation de boue silicate de l'exemple 1.

10

Avant vieillissement

| concentration | Lecture de couple | | VA mPa.s | VP mPa.s | YV lbs/100ft ² |
|---------------|-------------------|----------|-------------|-------------|------------------------------|
| | % | (lbs.in) | | | |
| L1 | 2 | 17 | 1,9 | 41 | 20 |
| L2 | 2 | 18 | 2,03 | 42 | 19 |
| L3 | 1 | 24 | 2,7 | 34 | 13 |
| L4 | 1 | 24 | 2,7 | 31 | 14 |
| L4 | 2 | 18 | 2,03 | 33 | 15 |
| L5 | 2 | 20 | 2,3 | 40 | 19 |
| L6 | 2 | 18 | 2,03 | 39 | 18 |

Après vieillissement 16h à 80°C

| concentration | Lecture couple | | VA mPa.s | VP mPa.s | YV lbs/100ft ² |
|---------------|----------------|----------|-------------|-------------|------------------------------|
| | % | (lbs.in) | | | |
| L1 | 2 | 18 | 2,03 | 43 | 22 |
| L4 | 2 | 19 | 2,15 | 34 | 15 |
| L6 | 2 | 18 | - | 39 | 18 |

Ces résultats montrent les très bonnes performances des systèmes étudiés en terme de lubrification. L'intérêt principal d'utiliser un diluant est de diminuer la viscosité de l'additif NTL ce qui facilite son incorporation dans le fluide aqueux.

Exemple 5: Boue silicate et composé XTL:

On utilise la formulation de boue silicate de l'exemple 1, avant vieillissement et après un vieillissement tel que décrit dans l'exemple 2.

10 Avant vieillissement:

| Lubrifiant XTL (%) | Lecture du couple (lbs.in) | N.m |
|-----------------------|-------------------------------|------|
| 0 | 42 | 4,75 |
| 0,5 | 26 | 2,9 |
| 1 | 24 | 2,7 |
| 1,5 | 22 | 2,5 |
| 2 | 22 | 2,5 |
| 3 | 22 | 2,5 |

Après vieillissement:

| Lubrifiant XTL (%) | Lecture du couple (lbs.in) | N.m |
|-----------------------|-------------------------------|-----|
| 2 | 22 | 2,5 |

Ces résultats montrent que le composé lubrifiant XTL permet de diminuer 15 les frottements de façon notable. Ses caractéristiques ne sont pas altérées après vieillissement.

Exemple 6: Boue bentonitique à l'eau de mer

composition du fluide de base :

- eau de mer,
- Bentonite 30 g/l
- viscosifiant (xanthane) 2 g/l
- réducteur de filtrat (Aquapac-LV) 1 g/l
- dispersant 3 g/l
- Baryte, telle que la masse volumique SG = 1,2 kg/l

Le dispersant utilisé est du polyacrylate FP30S commercialisé par la
société COATEX (France) .

Le pH de la formulation est ajusté à la soude NaOH, tel que pH=9 ou pH=12.

Dans cet essai, sont indiqués les résultats du pouvoir de lubrification du
fluide à haut pH, en fonction de la concentration en lubrifiant NTL ajouté.

| Lubrifiant NTL (%) | Lecture du couple | | | |
|-----------------------|-------------------|------|----------|------|
| | pH 9 | | pH 12 | |
| | (lbs.in) | N.m | (lbs.in) | N.m |
| 0 | 36 | 4,07 | 36 | 4,07 |
| 0,5 | 34 | 3,84 | 32 | 3,62 |
| 1 | 31 | 3,5 | 21 | 2,37 |
| 2 | 31 | 3,5 | 18 | 2,04 |
| 3 | 25 | 2,8 | 18 | 2,04 |
| 4 | 21 | 2,37 | 18 | 2,04 |
| 5 | 19 | 2,15 | 16 | 1,81 |

Ces résultats montrent les très bonnes performances de lubrification de NTL, notamment à pH élevé.

Exemple 7: Boue au formiate de césum

composition du fluide de base:

- eau de mer

- viscosifiant (xanthane) 2 g/l

- réducteur de filtrat 2 g/l

- argile de charge 10 g/l

- KCl 50 g/l

- CsCOOH, H₂O (formiate de cesium hydraté):

300 g/l tel que la masse volumique SG = 1,2 kg/l

10

Le pH de la formulation est ajusté à la soude NaOH, tel que le pH = 9 ou pH=12

Dans cet essai sont indiqués les résultats de lubrification en fonction de la concentration en lubrifiant NTL ajouté.

| Lubrifiant NTL (%) | Lecture du couple | | | |
|-----------------------|-------------------|------|----------|------|
| | pH 9 | | pH 12 | |
| | (lbs.in) | N.m | (lbs.in) | N.m |
| 0 | 36 | 4,07 | 40 | 4,52 |
| 0,5 | 16 | 1,81 | 18 | 2,04 |
| 1 | 4 | 0,45 | 6 | 0,68 |
| 2 | 2 | 0,23 | 2 | 0,23 |
| 3 | 2 | 0,23 | 2 | 0,23 |

15

Ces mesures montrent les très bonnes performances de lubrification de NTL dans ce type de fluide à très haut pH.

REVENDICATIONS

5

1) Fluide de puits à base d'eau, caractérisé en ce qu'il comporte un composé lubrifiant comprenant au moins un composé amphiphile non-ionique obtenu par réaction d'au moins une huile végétale ou un acide gras sur au moins un aminoalcool.

10

2) Fluide selon la revendication 1, caractérisé en ce que ladite huile végétale ou acide gras est choisi dans le groupe formé par l'huile de lin, de carthame, de pépins de raisins, de bois de chine, de tournesol, de colza ou leur mélange, ou d'un acide gras dérivé de ces huiles végétales.

15

3) Fluide selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que ladite huile végétale est polymérisée et a une viscosité à 20°C comprise entre 5 et 60 Pa.s.

20

4) Fluide selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que ledit aminoalcool est la diéthanolamine.

25

5) Fluide selon l'une des revendication 1 à 4, caractérisé en ce que le composé lubrifiant est conditionné sous la forme d'un mélange comprenant au moins un solvant et éventuellement d'autres composés.

30

6) Fluide selon la revendication 5, caractérisé en ce que ledit solvant est un dérivé d'une huile végétale.

- 7) Fluide selon l'une des revendications 5 et 6, caractérisé en ce que ledit mélange contient entre 0 et 80% en masse de solvant et de préférence entre 20 et 40%.
- 5 8) Fluide selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il comporte une concentration de 0,1 à 5% en poids dudit composé lubrifiant.
- 10 9) Fluide selon la revendication 8, caractérisé en ce que ladite concentration est comprise entre 0,5 à 2% en poids.
- 10 10) Fluide selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que son pH est supérieur à 9, et de préférence supérieur à 10.
- 15 11) Procédé pour contrôler le pouvoir lubrifiant d'un fluide de puits à base d'eau, caractérisé en ce que l'on incorpore audit fluide un composé lubrifiant selon l'une des revendications 1 à 9.
- 20 12) Application du procédé selon la revendication 11 à des fluides de puits à pH supérieur à 9 et de préférence supérieur à 10.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int'l Application No
 PCT/FR 99/01367

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
 IPC 6 C09K7/00 C09K7/02 C10M173/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
 IPC 6 C09K C10M

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|------------|--|-----------------------|
| X | DATABASE WPI Section Ch, Week 9017 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class D23, AN 90-130964 XP002094473 & SU 1 493 662 A (AS UZB CHEM INST) , 15 July 1989 see abstract | 1, 4 |
| Y | US 4 359 393 A (R.J. STURWOLD) 16 November 1982 see column 2, line 8 - column 3, line 25 | 1, 3-5 |
| Y | GB 922 667 A (MASTER CHEMICAL CORP.) 3 April 1963 see page 2, line 4 - line 19 see page 2, line 65 - page 3, line 3 | 1, 3-5 |
| | | -/- |

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- "a" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

4 August 1999

Date of mailing of the international search report

12/08/1999

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patenttaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Boulon, A

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int'l Application No

PCT/FR 99/01367

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|----------|---|-----------------------|
| A | US 3 761 410 A (T.C.MONDSHINE) 25 September 1973 see column 1, line 13 - line 23 see column 3, line 38 - column 4, line 3 see column 4, line 66 - column 5, line 9 see column 5, line 49 - line 54 | 1,2 |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Int'l Application No

PCT/FR 99/01367

| Patent document cited in search report | Publication date | Patent family member(s) | | Publication date |
|--|------------------|-------------------------|-----------|------------------|
| US 4359393 | A 16-11-1982 | CA | 1162529 A | 21-02-1984 |
| GB 922667 | A | NL | 133191 C | |
| | | US | 3186946 A | 01-06-1965 |
| US 3761410 | A 25-09-1973 | NONE | | |

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

De la Internationale No
PCT/FR 99/01367

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 6 C09K7/00 C09K7/02 C10M173/02

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
CIB 6 C09K C10M

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

| Catégorie | Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents | no. des revendications visées |
|-----------|--|-------------------------------|
| X | DATABASE WPI Section Ch, Week 9017 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class D23, AN 90-130964 XP002094473 & SU 1 493 662 A (AS UZB CHEM INST) , 15 juillet 1989 voir abrégé | 1, 4 |
| Y | US 4 359 393 A (R.J.STURWOLD) 16 novembre 1982 voir colonne 2, ligne 8 - colonne 3, ligne 25 | 1, 3-5 |
| Y | GB 922 667 A (MASTER CHEMICAL CORP.) 3 avril 1963 voir page 2, ligne 4 - ligne 19 voir page 2, ligne 65 - page 3, ligne 3 | 1, 3-5 |
| -/- | | |

Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- "T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- "a." document qui fait partie de la même famille de brevets

| | |
|---|--|
| Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée | Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale |
| 4 août 1999 | 12/08/1999 |
| Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016 | Fonctionnaire autorisé Boulon, A |

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

| | |
|-----------------|----------------------|
| Dé | de Internationale No |
| PCT/FR 99/01367 | |

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

| Catégorie | Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents | no. des revendications visées |
|-----------|--|-------------------------------|
| A | US 3 761 410 A (T.C.MONDSHINE) 25 septembre 1973 voir colonne 1, ligne 13 - ligne 23 voir colonne 3, ligne 38 - colonne 4, ligne 3 voir colonne 4, ligne 66 - colonne 5, ligne 9 voir colonne 5, ligne 49 - ligne 54 ----- | 1,2 |

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Doc. de Internationale No

PCT/FR 99/01367

| Document brevet cité au rapport de recherche | Date de publication | Membre(s) de la famille de brevet(s) | Date de publication |
|---|------------------------|---|------------------------|
| US 4359393 A | 16-11-1982 | CA 1162529 A | 21-02-1984 |
| GB 922667 A | | NL 133191 C US 3186946 A | 01-06-1965 |
| US 3761410 A | 25-09-1973 | AUCUN | |